

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2000-128577

(P2000-128577A)

(43)公開日 平成12年5月9日(2000.5.9)

(51)Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テマコード*(参考)
C 0 3 C 11/00		C 0 3 C 11/00	4 G 0 4 8
C 0 1 B 33/12		C 0 1 B 33/12	A 4 G 0 6 2
C 0 1 G 25/00		C 0 1 G 25/00	4 G 0 7 2

審査請求 未請求 請求項の数4 O L (全 8 頁)

(21)出願番号	特願平10-297466	(71)出願人	000005968 三菱化学株式会社 東京都千代田区丸の内二丁目5番2号
(22)出願日	平成10年10月20日(1998.10.20)	(72)発明者	釣田 寧 神奈川県横浜市青葉区鴨志田町1000番地 三菱化学株式会社横浜総合研究所内
		(74)代理人	100103997 弁理士 長谷川 曉司

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 シリカ-ジルコニア組成の多孔性微小粒子の製造方法

(57)【要約】

【課題】 シリカ-ジルコニア系組成で、微小な粒子径を有し、しかも多孔性を保持した粒子の組成均一性を向上すると共に、工業的に容易な製造方法を提供することを目的とする。

【解決手段】 シリカゲルにジルコニウム化合物とアルカリ金属化合物を混合し、シリカ-ジルコニア組成の多孔性微小粒子を製造する方法において、ジルコニウム化合物として $ZrOX_2 \cdot 10H_2O$ （式中、XはCl、Br、I又は NO_3 を表す。）を使用し、かつアルカリ金属化合物として A_2CO_3 、 $AHCO_3$ 及び $ANNO_3$ から選ばれる化合物（式中、AはLi、Na又はKを表す。）を使用する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 シリカゲル、ジルコニウム化合物及びアルカリ金属化合物の混合物を加熱した後に、生成物から水溶性成分を除去することによりシリカ-ジルコニア組成の多孔性微小粒子を製造する方法において、ジルコニウム化合物として $ZrOX_2$ （式中、Xはハロゲン原子又は NO_3 を表す。）を使用し、かつアルカリ金属化合物として A_2CO_3 、 $AHCO_3$ 及び $ANCO_3$ から選ばれる化合物（式中、Aはアルカリ金属原子を表す。）を使用することを特徴とする、シリカ-ジルコニア組成の多孔性微小粒子の製造方法。

【請求項2】 ジルコニウム化合物としてオキシ塩化ジルコニウム、アルカリ金属化合物として炭酸塩を使用することを特徴とする請求項1の製造方法。

【請求項3】 ジルコニア化合物に対するアルカリ金属化合物の使用量を A_2O/ZrO_2 モル比で2以下とすることを特徴とする請求項1の製造方法。

【請求項4】 シリカゲルとして、ほぼ球状で $0.1-100\mu m$ の粒子径から実質的になるものを使用することを特徴とする請求項1の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は各種の分離剤、フィルター、ガラスの原料等として使用されるシリカ-ジルコニア系組成の多孔性で微小な粒子の製造方法に関する。特に、シリカゲルを原料とし、溶融ガラスを経由しないシリカ-ジルコニア系の多孔性を有する微小粒子の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】シリカ-ジルコニア組成の多孔質ガラスは耐アルカリ性が良好であることから、中性を越えるpH領域の水溶液中での各種物質の分離に使用が期待されている。しかし、ジルコニアを多孔質シリカガラスのガラス骨格中に入れることは困難で、複雑な工程が必要である。例えば、母ガラス組成に大量のアルカリ土類金属を添加、 $1000^\circ C$ 以上の高温で溶融してガラスを形成した後に再度加熱処理して分相させ、可溶成分をアルカリ水溶液で溶出させた後に、ガラス骨格間にゲルで残留したジルコニアを強酸にて除去することが必要である

（J. Mater. Sci. 29, 3433（1994））。この方法では、細孔分布が揃い、かつ細孔径をコントロールすることができるが、多孔質ガラス骨格中に残るジルコニア量は最初のガラス組成よりかなり少なくなっている。最近の報告でも、生成物中のジルコニア量は最大8wt%程度である（J. Am. Ceram. Soc. 80（5）, 1101-10（1997））。

【0003】本発明者らはシリカゲル、ジルコニウム化合物及びアルカリ金属化合物の混合物を加熱した後に、生成物から水溶性成分を除去することによりシリカ-ジルコニア組成の多孔性微小粒子を製造する方法を既に提

案した（特開平2-141439号公報）。この公報の実施例ではジルコニウム化合物としてオキシ塩化ジルコニウムを、アルカリ金属化合物として塩化ナトリウムを使用した例が記載されている。しかしながら、後述する比較例からも明らかなように、この方法ではジルコニア量が多くなった場合に均一なガラス組成とならず、特にジルコニア成分の結晶化が顕著となり、その均一性が不十分であった。

【0004】

【発明の解決しようとする課題】ジルコニアを含有するシリカ系のガラス組成物はX線に対する不透過性を有することから、歯科材料用のフィルターとしての使用も提案されている。例えば、シリカ-ジルコニア組成の微小粒子（特開昭58-110414号公報）やジルコニウムを含有する溶融ガラスを粉碎した微小粒子（特開平8-225423号公報）が知られているが、いずれも非多孔性である。溶融ガラスを粉碎した場合には、多孔性も具備した粒子とすることにより、性能の改良が期待できる。シリカ-ジルコニア系組成で微小な粒子径を有し、しかも多孔性を保持した粒子の組成均一性を向上すると共に、工業的に安価な製造方法が課題となっていた。

【0005】

【問題を解決するための手段】本発明者らは上記の課題を解決すべく鋭意検討した結果、特定のジルコニウム化合物とアルカリ金属化合物を組み合わせるシリカゲルと加熱する方法が、意外にも格別の効果があることを見出し、本発明を完成した。即ち、本発明の要旨は、シリカゲル、ジルコニウム化合物及びアルカリ金属化合物の混合物を加熱した後に、生成物から水溶性成分を除去することによりシリカ-ジルコニア組成の多孔性微小粒子を製造する方法において、ジルコニウム化合物として $ZrOX_2$ （式中、Xはハロゲン原子又は NO_3 を表す。）を使用し、かつアルカリ金属化合物として A_2CO_3 、 $AHCO_3$ 及び $ANCO_3$ から選ばれる化合物（式中、Aはアルカリ金属原子を表す。）を使用することを特徴とする、シリカ-ジルコニア組成の多孔性微小粒子の製造方法に存する。

【0006】

【発明の実施の形態】以下、本発明を詳細に説明する。本発明のシリカゲルとしては、通常シリカを主成分として多孔性を有するものを使用する。粒子の大きさは $1mm$ 以下が好ましく、特に $0.1-100\mu m$ が好適である。大きな粒子径のシリカゲルを使用することも可能であるが、製造した後の粉碎工程での負荷が大きくなる。粒子形状としては、特に規定はなく使用できるが、ほぼ球状の粒子の方が生成物もその形状を保持する為に、分離剤やフィルター等の用途において優れた性能を有するので、好ましい。

【0007】上記のシリカゲルの製造方法としては、ケイ酸ナトリウムに酸を添加してゲル化、あるいはコロイ

ダルシリカをゲル化した後に成形・乾燥する製造方法やアルコキシシランのようなアルコキシドを加水分解する方法などを代表例として挙げることができる。シリカゲルは基本的にそのままの状態で使用可能であるが、使用前に室温以上200℃以下の温度で予め乾燥することにより、吸着した水分を除去することが好ましい。乾燥条件は使用するシリカゲルや乾燥雰囲気などに依存するが、上記の乾燥温度で一定の重量となる時間まで保持する方法などを使用できる。

【0008】本発明では、シリカゲルと反応させるジルコニウム化合物としては、 $ZrOX_2$ （式中、Xはハロゲン原子又は NO_3 を表し、ハロゲン原子としては、塩素原子、臭素原子またはヨウ素原子等が挙げられる。）の化学式で示されるオキシハロゲン化ジルコニウム又はオキシ硝酸ジルコニウムを使用する。実際には、これらに水和水が含有した化合物が入手可能であり、そのまま用いることができる。

【0009】シリカゲルへの混合方法としては、通常ジルコニウム化合物を水に溶解し、その水溶液にシリカゲルを添加するか、その水溶液をシリカゲルに添加する方法等を使用することができる。得られたスラリーは乾燥して水分を除去し、ゲル状態にする方が好ましいが、以下のアルカリ金属塩を添加後に一緒に乾燥することも可能である。

【0010】ジルコニウム化合物の使用量は乾燥したシリカゲル1.0gに対する、ジルコニア量で0.01gから1.0gが好ましい。0.01gより少ない場合にはジルコニアの添加効果が充分ではなく、1.0g以上ではジルコニアがシリカと均一に混合する割合が極端に減少する。シリカゲルにオキシジルコニウム塩を混合する際に、以下のアルカリ金属化合物あるいは別途アルカリハロゲン化合物を例えば含浸により同時に添加することも可能である。

【0011】アルカリ金属化合物としては、 A_2CO_3 、 $AHCO_3$ 又は $ANCO_3$ （式中、Aはアルカリ金属原子を表し、Li、Na又はK等が挙げられる。）を使用することが好ましく、特に炭酸塩又は炭酸水素塩の使用が好ましい。これらは水溶液として、オキシジルコニウム塩と同様にシリカゲルに含浸することも可能であるが、シリカゲルがアルカリ水溶液に一部溶解して、その細孔構造に影響を及ぼす恐れがある。本発明においては、アルカリ金属塩の粒子とオキシジルコニウム塩を含浸したシリカゲル粒子を固体状態で混合する簡便な方法が好適に使用できる。

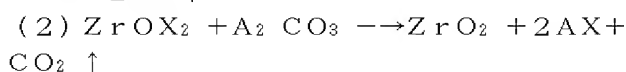
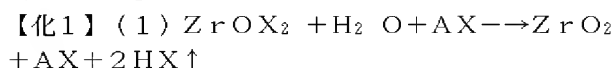
【0012】アルカリ金属塩の使用量としては、使用するジルコニアに対するモル比（ A_2O/ZrO_2 ）で0.2から2.0の範囲が好ましく、特に0.5-1.5が好適である。アルカリ金属塩の使用量が少ない場合には、ガラス化が不充分であったり、不均一となる。一方、使用量が多すぎると焼結を制御することが困難とな

り、シリカ成分のクリストバライトへの結晶化が進行する。

【0013】以上のようにして得られたオキシジルコニウム塩、アルカリ金属塩とシリカゲルの混合物を通常500-1000℃の温度範囲で加熱する。加熱時間は一般的には、1時間-24時間から選択すれば充分である。加熱温度が低い場合や加熱時間が短い場合はガラス状の構造の成長が不充分であり、逆に加熱温度が高すぎる場合や加熱時間が長すぎる場合には多孔性がほとんど消滅し、分相して結晶化が認められる。

【0014】加熱雰囲気としては、空気存在下や不活性雰囲気のいずれにおいても実施でき、ガスの流通に関しても密閉した状況でなければ制約がない。焼成形式としても静置や流動したなどのいずれの条件でも問題ない。上記の混合物をルツボ中に入れ、マッフル炉などで加熱する簡便な方法でも好適に製造することができる。本発明においては、従来の方法に比較した場合、加熱工程において発生するハロゲン化水素が大幅に抑制されているものと考えられる。例えば、アルカリ金属塩としてハロゲン化物を使用した従来法及び本発明のオキシハロゲン化ジルコニウムと炭酸塩を用いた場合を化学式の例で表現してみると以下の通りである。特にシリカ共存下で（2）式が進行することは報告がなく、さらに例えば炭酸ナトリウムの分解温度（851℃）よりも約100℃低い温度でも反応することは予想外の結果であった。

【0015】



（式中、Aはアルカリ金属原子；Xはハロゲン原子を表す。）

【0016】加熱時に腐食性の高いハロゲン化水素生成を大幅に抑制できることは、加熱の装置上及び生成ガスの処理上から工業的には大きな利点となる。加熱後の生成物は水洗することにより、過剰に使用したアルカリ金属化合物や上記の反応で生成したアルカリハロゲン化合物などの水溶性成分を容易に除去することが可能である。水洗は所望であれば、酸やアルカリを含有する水で実施してもよい。水洗は室温で充分であるが、加温した水を使用することもできる。水洗した生成物は通常の方法で水から分離した後に乾燥する。

【0017】本発明の製造法により得られた生成物の組成には、シリカ-ジルコニアの他に添加したアルカリ金属化合物の酸化物が含有されている。使用したハロゲンの残量は水洗が充分であれば0.5%以下と、生成したアルカリハロゲン化合物からすると非常に少ない。また、生成物の形態を走査型電子顕微鏡で拡大して観察すると、微小球状粒子が多孔質ガラス類似の骨格から構成されていることが確認される。

【0018】本発明によりシリカ-ジルコニア系組成で、微小な粒子径を有し、しかも多孔性を保持した粒子の組成均一性を向上できると共に、工業的に容易な製造が可能となる。また、組成中に含有されるジルコニアの量を増やすことができる。組成の均一性が向上する理由は不明ではあるが、オキシジルコニウム塩とアルカリ金属塩から加熱により生成するアルカリ金属ハロゲン塩のシリカゲルとの反応性が良好であるためと考えられる。さらに、アルカリ金属塩として炭酸塩や炭酸水素塩を使用する場合には、原料混合物の加熱過程で生成するハロゲン化水素を大幅に抑制できるため、工業的にも安価で製造することが実現される。

【0019】

【実施例】以下、本発明を実施例により更に詳細に説明する。尚、本実施例中の濃度は、特に断らない限り、重量基準である。比表面積はオートソープ6を使用して窒素吸着法により測定、BET法により算出した。

実施例1

微小球状シリカ担体・ヌクレオシル（ナゲール社100-3；粒子径約3 μ 、細孔径約100Å）を120℃で3時間乾燥した後に10.0gを秤量し、これにオキシ塩化ジルコニウム3.92gを水25mLに溶解した溶液を添加後に乾燥機中で120℃/3時間加熱した。この含浸後の担体3.10gに試薬の炭酸ナトリウム顆粒を乳鉢で粉碎した粒子0.33gを加えて、サンプル瓶中でよく混合した。これをルツボ中に入れて、600℃で3時間焼成した後、さらに760℃で5時間焼成した。これを100mLの水に入れて沈降後に上澄液を除去した後、残ったスラリーにもう一度100mLの水を入れて同様な操作を繰り返して、水に可溶な塩類等を除去した。残ったスラリーを濾過した後に120℃で3時間乾燥した。得られた生成物の比表面積は31m²/gであり、粉末X線パターンを図1に示した。また、ジルコニア由来する2 θ ≈約30°のピーク強度を表1に示した。このピーク強度が小さいことから、ジルコニアの結晶が小さく、シリカゲル中でジルコニア成分がより均一に存在していることがわかる。上記の焼成後で水洗前のサンプルの粉末X線を測定した所、NaClに同定される強いピークが観測された。

【0020】実施例2

含浸後の担体3.12g及び炭酸ナトリウムを0.49g使用した以外は実施例1と同様にして合成を行った。生成物の比表面積と粉末X線の2 θ ≈約30°のピーク強度を表1に示した。また、粉末X線パターンを図1に示した。

実施例3

600℃の焼成時間を1時間とした以外は実施例1と同様にして合成を行った。生成物の比表面積と粉末X線の2 θ ≈約30°のピーク強度を表1に示した。また、粉末X線パターンを図1に示した。

実施例4

600℃の焼成時間を10時間とした以外は実施例1と同様にして合成を行った。生成物の比表面積と粉末X線の2 θ ≈約30°のピーク強度を表1に示した。また、粉末X線パターンを図1に示した。

【0021】比較例1

炭酸ナトリウムを添加しなかった以外は実施例3と同様にして合成を行った。生成物の比表面積と粉末X線の2 θ ≈約30°のピーク強度を表1に示した。また、粉末X線パターンを図1に示した。

比較例2

炭酸ナトリウムのかわりに塩化ナトリウム顆粒を乳鉢で粉碎した粒子0.58gを使用した以外は実施例3と同様にして合成を行った。生成物の比表面積と粉末X線の2 θ ≈約30°のピーク強度を表1に示した。また、粉末X線パターンを図1に示した。

【0022】比較例3

実施例1と同様な方法でシリカゲルにオキシ塩化ジルコニウム3.92gの他に塩化ナトリウム2.90gも25mLの水に溶解、含浸した。この含浸後の担体3.87gをルツボ中に入れて、600℃で1時間焼成した後、さらに760℃で5時間焼成した。この後は実施例1と同様に処理した。生成物の比表面積と粉末X線の2 θ ≈約30°のピーク強度を表1に示した。

比較例4

600℃の焼成を流通条件で実施し、その焼成時間を3時間とした以外は比較例3と同様にして合成を行った。生成物の比表面積と粉末X線の2 θ ≈約30°のピーク強度を表1に示した。

【0023】実施例5

原料の微小球状シリカをサンスフェアー（旭硝子製）L-31とし、120℃で3時間乾燥した後に10.0gを秤量し、これにオキシ塩化ジルコニウム6.54gを水25mLに溶解した溶液を添加後に乾燥機中で120℃/3時間加熱した。含浸後のシリカゲル粉体を実施例3と同様にして加熱、水洗などを実施した。生成物の比表面積は24m²/gであり、粉末X線パターンを図2に示した。

【0024】実施例6

オキシ塩化ジルコニウム6.54gと塩化ナトリウムを2.37g使用した以外は実施例5と同様にして合成を行った。生成物の比表面積と粉末X線の2 θ ≈約30°のピーク強度を表1に、粉末X線パターンを図2に示した。

実施例7

焼成温度を730℃とした以外は実施例5と同様にして合成を実施した。生成物の比表面積と粉末X線の2 θ ≈約30°のピーク強度を表1に、粉末X線パターンを図2に示した。

【0025】実施例8

焼成温度を730℃とした以外は実施例6と同様にして合成を実施した。生成物の比表面積と粉末X線の $2\theta =$ 約30°のピーク強度を表1に示した。また、粉末X線パターンを図2に示した。

実施例9

炭酸ナトリウムのかわりに炭酸カリウム0.70gを使用した以外は、実施例5と同様にして合成を行った。生成物の比表面積と粉末X線の $2\theta =$ 約30°のピーク強度を表1に示した。

実施例10

炭酸ナトリウムのかわりに炭酸カリウム0.70gを使用した以外は、実施例6と同様にして合成を行った。生成物の比表面積と粉末X線の $2\theta =$ 約30°のピーク強度*

*度を表1に示した。

【0026】比較例5

炭酸ナトリウムを使用しなかった以外は実施例5と同様にして合成を実施した。生成物の比表面積と粉末X線の $2\theta =$ 約30°のピーク強度を表1に示した。また、粉末X線パターンを図2に示した。

比較例6

炭酸ナトリウムを添加しなかった以外は実施例6と同様にして合成を実施した。生成物の比表面積と粉末X線の $2\theta =$ 約30°のピーク強度を表1に示した。また、粉末X線パターンを図2に示した。

【0027】

【表1】

表1 合成条件と生成物の物性値

	シリカ ゲル 種類	仕込みモル比			600℃ 加熱 時間	加熱 温度 ℃	粉末X線 ピーク強度	比表面積 m ² /g
		SiO ₂ /ZrO ₂	Al ₂ O ₃ /ZrO ₂	NaCl /ZrO ₂				
実施例1	Nucl	13.7	1.0	0	3h	760	130	31
実施例2	Nucl	13.7	1.5	0	3h	760	100	14
実施例3	Nucl	13.7	1.0	0	1h	760	142	41
実施例4	Nucl	13.7	1.0	0	10h	760	92	36
比較例1	Nucl	13.7	0	4.1	1h	760	256	75
比較例2	Nucl	13.7	0	0	1h	760	234	332
比較例3	Nucl	13.7	0	4.1	1h	760	225	51
比較例4	Nucl	13.7	0	4.1	3h	760	247	40
実施例5	L-31	8.2	1.0	0	1h	760	234	21
実施例6	L-31	8.2	1.0	2.0	1h	760	187	23
実施例7	L-31	8.2	1.0	0	1h	730	170	28
実施例8	L-31	8.2	1.0	2.0	1h	730	221	29
実施例9	L-31	8.2	1.0*)	0	1h	760	187	37
実施例10	L-31	8.2	1.0*)	2.0	1h	760	191	25
比較例5	L-31	8.2	0	0	1h	760	574	222
比較例6	L-31	8.2	0	2.0	1h	760	545	35

*) A=K, その他はA=Na

Nucl:ナゲール社製ヌクレオシル

L-31:旭硝子製サンスフェアー

粉末X線ピーク強度: $2\theta =$ 約30°のピーク強度から一定のバックグラウンドを引いた数値(任意単位)

【0028】表1に実施例並びに比較例の主な製造条件と生成物の粉末X線のピーク強度と比表面積をまとめた。粉末X線のピーク強度は正方晶ジルコニアに由来する $2\theta =$ 約30°のピーク強度からバックグラウンドを引いた数値を示してあり、この値が小さい程、ジルコニアが組成中に均一に分散していると考えられる。また、図1と図2には実施例と比較例の粉末X線パターンを比較した。

【0029】実施例11

実施例1～4及び比較例1～3の各サンプルについて溶出シリカ量を定量することにより、耐アルカリ性を比較した(表2)。サンプルを120℃で乾燥後に約100mgを精秤し、これを0.1N水酸化ナトリウム水溶液に入れ、室温で24時間放置した。この上澄液をサンプルリングし、Siを定量することにより溶解シリカ量を測定した。使用したサンプルに対する溶出シリカの割合※50

※合及びそれを比表面積で割った、比表面積当りの溶解率を表2に示した。表2から、従来のサンプル(比較例)に比べて本発明に係わるサンプルでは、溶解率が少なく耐アルカリ性が良好であることが明らかである。

【0030】

【表2】

表2 耐アルカリ性試験結果

	溶解率 wt %	D/SSA * 10 ²
実施例1	4.6	15
実施例2	2.8	16
実施例3	5.5	14
実施例4	4.7	13
比較例1	17.6	23
比較例2	79.2	24
比較例3	9.5	19

D/SSA : 比表面積当りの溶解率

【0031】

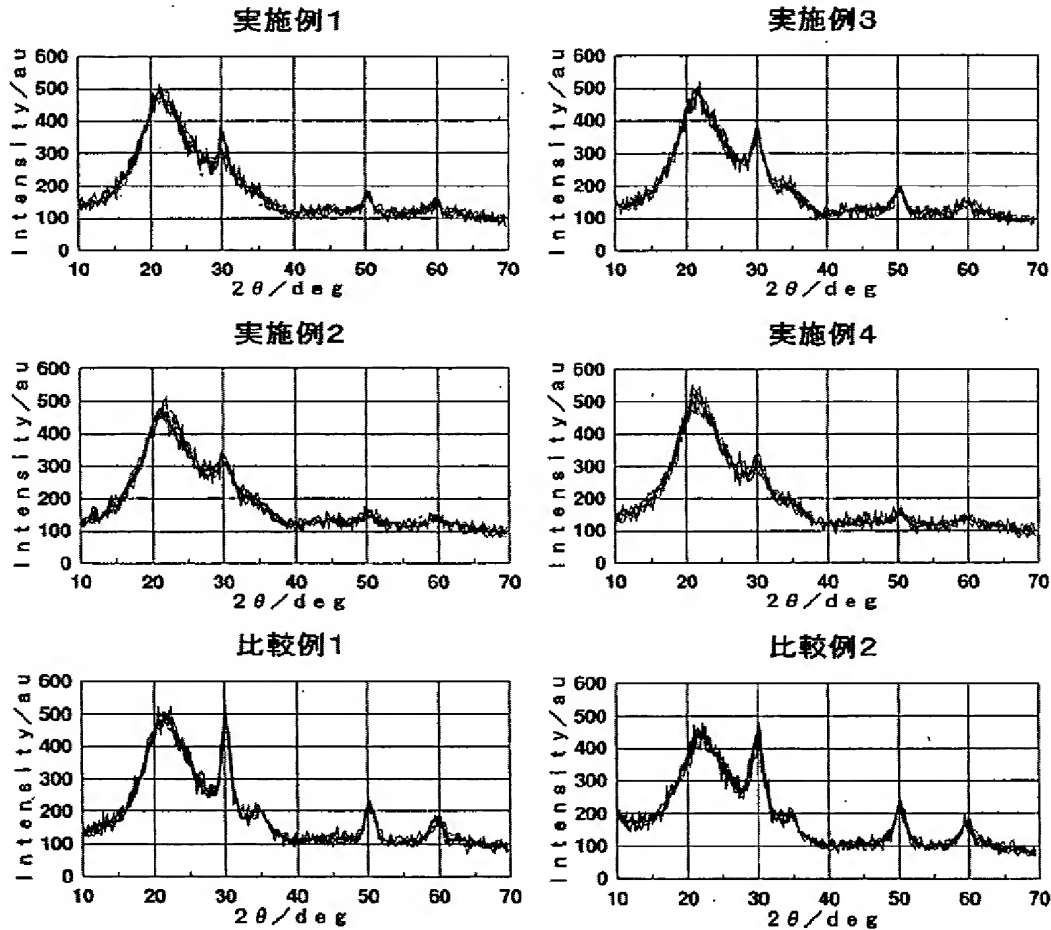
【発明の効果】本発明により、シリカ-ジルコニア系組成で、微小な粒子径を有し、しかも多孔性を保持した粒子の組成均一性を向上できると共に、工業的に容易で、かつ安定に製造することができる。

【図面の簡単な説明】

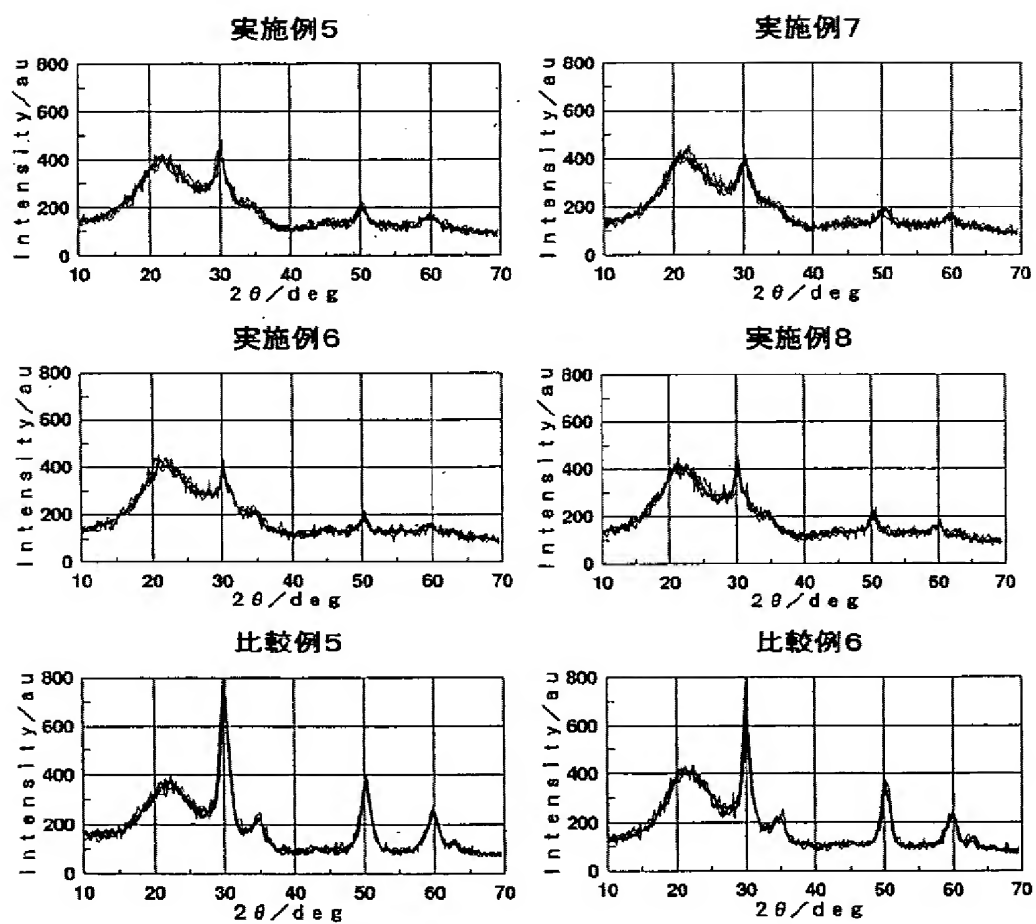
【図1】本発明及び従来の多孔性微小粒子の粉末X線パターン図である。

【図2】本発明及び従来の多孔性微小粒子の粉末X線パターン図である。

【図1】



【図2】



フロントページの続き

F ターム(参考) 4G048 AA04 AB02 AB05 AD04 AE06
AE07
4G062 AA13 BB01 CC01 CC08 CC10
DA07 DA08 DB01 DC01 DD01
DE01 DF01 EA01 EA10 EB01
EB02 EB03 EB04 EC01 EC02
EC03 ED01 EE01 EF01 EG01
FA01 FB01 FC03 FD01 FE01
FF01 FG01 FH01 FJ01 FK01
FL01 GA01 GB01 GC01 GD01
GE01 HH01 HH03 HH05 HH07
HH09 HH11 HH13 HH15 HH17
HH20 JJ01 JJ03 JJ05 JJ07
JJ10 KK01 KK03 KK05 KK07
KK10 MM01 MM15
4G072 AA35 BB05 DD03 DD04 DD05
GG03 HH19 JJ21 JJ28 JJ30
LL06 MM31 MM36 UU07 UU21

DERWENT-ACC-NO: 2000-381976**DERWENT-WEEK:** 200033*COPYRIGHT 2008 DERWENT INFORMATION LTD*

TITLE: Production of porous microparticles
of silica-zirconia compositions for
various separating agents/filler/
glass

INVENTOR: TSURITA Y**PATENT-ASSIGNEE:** MITSUBISHI CHEM CORP[MITU]**PRIORITY-DATA:** 1998JP-297466 (October 20, 1998)**PATENT-FAMILY:**

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE
JP 2000128577 A	May 9, 2000	JA

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL- DESCRIPTOR	APPL-NO	APPL-DATE
JP2000128577A	N/A	1998JP- 297466	October 20, 1998

INT-CL-CURRENT:

TYPE	IPC DATE
CIPP	C01G25/00 20060101
CIPS	C01B33/12 20060101

CIPS

C03C11/00 20060101

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 2000128577 A**BASIC-ABSTRACT:**

NOVELTY - The production comprises: (a) heating a mixture of silica gel, a zirconium compound, and an alkaline metal compound; (b) removing a water-soluble component from the resulting product.

DESCRIPTION - The zirconium compound employs $ZrOX_2$.

X = halo, or NO_3 .

The alkaline metal compound employs a compound selected from A_2CO_3 , $AHCO_3$, and ANO_3 .

A = alkaline metal.

USE - The method easily, stably produces porous microparticles of silica-zirconia compositions for use in materials for various separating agents, a filler, glass.

ADVANTAGE - The porous microplacticles have microparticle diameter, and porosity. The compositions have enhanced uniformity.

EQUIVALENT-ABSTRACTS:

ORGANIC CHEMISTRY

Preferred silica gel: is of generally a spherical shape and substantially has a particle diameter of 0.1-100 micronmeters.

TITLE-TERMS: PRODUCE POROUS MICROPARTICLES SILICA
ZIRCONIA COMPOSITION VARIOUS SEPARATE
AGENT FILL GLASS

DERWENT-CLASS: L01

CPI-CODES: L01-K;

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: 2000-116015